

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="checkbox"/> Print/Save Selected	<input type="checkbox"/> Send Results	Format
<input type="checkbox"/> Display Selected				Free

1. 1/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

011403360

WPI Acc No: 1997-381267/199735

XRAM Acc No: C97-122323

Oil in water type emulsified composition for hair treatment
- contains amphipathic system, cationic surfactant and water

Patent Assignee: SHISEIDO CO LTD (SHIS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 9165317	A	19970624	JP 96237272	A	19960819	199735 B
JP 3549336	B2	20040804	JP 96237272	A	19960819	200451

Priority Applications (No Type Date): JP 95292107 A 19951012

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 9165317	A	14	A61K-007/00	
JP 3549336	B2	21	A61K-007/06	Previous Publ. patent JP 9165317

Abstract (Basic): JP 9165317 A

Oil-in-water type emulsified composition for hair treatment
contains amphipathic substance and cationic surfactant comprising
amphipathic substance-cationic surfactant-water system which can gel at
above room temperature, silicone oil and water. The amphipathic
substance and cationic surfactant exists on the interfacial surface of
the oil droplet and the viscosity of the system is below 30 cps.

USE - Used for hair treatment.

Dwg. 0/4

Title Terms: OIL; WATER; TYPE; EMULSION; COMPOSITION; HAIR; TREAT; CONTAIN;
AMPHIPATHIC; SYSTEM; CATION; SURFACTANT; WATER

Derwent Class: D21

International Patent Class (Main): A61K-007/00; A61K-007/06

International Patent Class (Additional): B01J-013/00

File Segment: CPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2004 Thomson Derwent. All rights reserved.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="checkbox"/> Print/Save Selected	<input type="checkbox"/> Send Results	Format
<input type="checkbox"/> Display Selected				Free

© 2004 Dialog, a Thomson business

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-165317

(43)公開日 平成9年(1997)6月24日

(51)Int.Cl. ⁶ A 61 K 7/00	識別記号 7/06 B 01 J 13/00	府内整理番号 F I A 61 K 7/00	技術表示箇所 N C J
		7/06 B 01 J 13/00	A 審査請求 未請求 請求項の数11 FD (全 14 頁)

(21)出願番号 特願平8-237272
(22)出願日 平成8年(1996)8月19日
(31)優先権主張番号 特願平7-292107
(32)優先日 平7(1995)10月12日
(33)優先権主張国 日本 (JP)

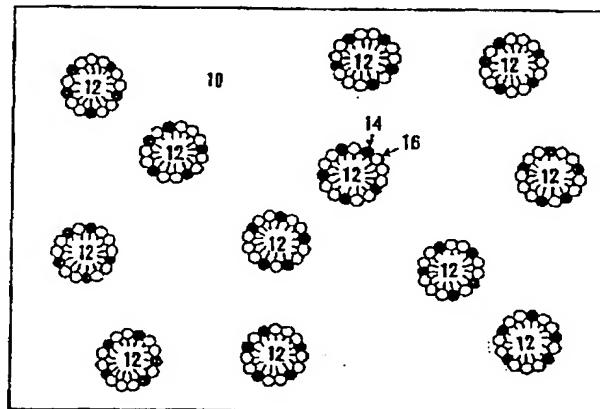
(71)出願人 000001959
株式会社資生堂
東京都中央区銀座7丁目5番5号
(72)発明者 岡本 亨
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内
(72)発明者 中島 英夫
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内
(72)発明者 植村 雅明
神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内
(74)代理人 弁理士 岩橋 祐司
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水中油型乳化組成物

(57)【要約】

【課題】 シリコーン油、特に高重合ポリシロキサンを含有するシリコーン油を油相とし、低粘度で経時に安定な水中油型乳化組成物を提供する。

【解決手段】 (1)両親媒性物質-カチオン界面活性剤-水系において常温以上でゲルを形成し得るものの中から選択された両親媒性物質及びカチオン界面活性剤と、(2)シリコーン油と、(3)水と、を含み、前記両親媒性物質及び界面活性剤は、その実質的全量が油滴界面に存在し、系の粘度が30cps以下であることを特徴とする。また、シリコーン油の粘度が500cps以下であることを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 両親媒性物質-カチオン界面活性剤-水系において常温以上でゲルを形成し得るものの中から選択された両親媒性物質及びカチオン界面活性剤と、シリコーン油と、水と、を含み、前記両親媒性物質及びカチオン界面活性剤は、その実質的全量が油滴界面に存在し、系の粘度が30cps以下であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項2】 請求項1記載の組成物において、シリコーン油の粘度が500cps以下であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項3】 請求項1又は2記載の組成物において、前記シリコーン油中にはシリコーン油全量に対して0.1重量%以上の高重合メチルポリシロキサン及び/又は高重合アミノ変性メチルポリシロキサンを含むことを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項4】 請求項1～3の何れかに記載の組成物において、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量が、組成物全量に対して0.1～10重量%以下であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項5】 請求項1～4の何れかに記載の組成物において、両親媒性物質がカチオン界面活性剤に対してモル比で1/2倍量以上配合されたことを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項6】 請求項1～5の何れかに記載の組成物において、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量に対し、シリコーン油が1/2倍量以上配合されたことを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項7】 請求項1～6のいずれかに記載の組成物において、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の境界面存在量は、DSCによるピーク面積比で90%以上であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項8】 請求項1～7の何れかに記載の組成物において、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤が、両親媒性物質-カチオン界面活性剤-水系において形成するゲルの転移温度が60°C以上であるものの中から選択されることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項9】 請求項1～8の何れかに記載の組成物において、乳化粒子径が0.25μm以下であることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項10】 請求項1～9記載の組成物において、両親媒性物質は炭素鎖長が16以上である高級アルコール及び/又は高級脂肪酸よりなることを特徴とする水中油型乳化組成物。

【請求項11】 請求項1～10記載の水中油型毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は水中油型乳化組成物、特にシリコーン油を油相とする水中油型乳化組成物の物性及び安定性等の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】水中油型乳化組成物は化粧料において汎用されている剤型で、その油相としては様々な油性成分が用いられているが、その一つにシリコーン油が挙げられる。特に毛髪化粧料の分野においては毛髪に対する柔軟性や潤いの付与や、ドライヤーの熱やブラッシングによる毛髪の保護、枝毛の修復・防止等の毛髪のトリートメント効果を目的として油相にシリコーン油を用いた水中油型乳化組成物が広く用いられている。

【0003】また、毛髪化粧料の分野においては化粧料を直接手に取る必要がなく、かつ広い部分に均一に適用できるエアゾールやディスペンサーライプの製品が使用の簡便性や手を汚さないという利便性から好まれている。特に、ディスペンサーライプの化粧料は、その容器が単純な機構であること、エアゾールのように環境に有害とされるガスを用いないこと等から汎用されている。

【0004】このようなディスペンサーライプの場合、ディスペンサー容器から霧状に噴霧するために内容物である化粧料が低粘度の液状であることが要求される。しかも、その使用感としては乳液やクリームのような使用感で、毛髪をしっとりとさせたり保湿性の高いものが望まれることが多い。従って、このような乳化組成物をディスペンサーライプ毛髪化粧料とする場合には、その乳化安定性とともに系の低粘度安定性、使用感が重要である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の技術ではこのようなシリコーン油を油相とする水中油型乳化組成物において、低粘度で安定性の良好な乳化組成物でありながら、その使用感がしっとりと良好で保湿性に優れた乳化組成物を得ることは困難であった。例えば、低粘度乳化組成物の安定化技術としては、乳化粒子を微細化する方法(特開昭63-126542)、内油相と外水相の比重調整による方法等が従来より用いられているが、これらの方法では保湿効果やしっとりとした使用感を得るために、半固体油分や高級アルコール等の両親媒性物質を配合すると系の増粘を引き起こしてしまうという問題点があった。

【0006】また、毛髪化粧料の分野においては、皮膜形成性を有する高重合メチルポリシロキサンや高重合アミノ変性メチルポリシロキサン等の高重合ポリシロキサンが枝毛修復効果やコート剤として用いられることがあるが、このような高重合シリコーン油を水中油型乳化組成物の油相に配合すると、油相の粘度が著しく上昇するために乳化粒子を微細化することが困難となり、上記のような従来技術では低粘度で乳化安定性に優れた水中油

型乳化組成物を得ることは特に困難であった。

【0007】本発明は前記従来技術の課題に鑑みなされたものであり、その目的はシリコーン油を油相とし、さらにはシリコーン油相中に高重合ポリシロキサンを配合した場合においても、低粘度でありながら乳化安定性、粘度安定性等の経時安定性に優れた水中油型乳化組成物で、しかも使用感がしっとりとして良好な水中油型乳化組成物を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、以前に両親媒性物質-界面活性剤-水系においてゲルを形成し得る両親媒性物質及び界面活性剤を用いることにより、低粘度で水溶液状の物性と、クリーム様のしっとりとした使用感を与え、かつ経時安定性も良好な水中油型乳化組成物が得られることを報告した(特開平6-271421)。そして今回、前記目的を達成するために銳意検討を行った結果、ゲルを形成し得る組み合わせとして両親媒性物質及びカチオン界面活性剤を用い、油相としてのシリコーン油の粘度を調整することにより、例え高重合メチルポリシロキサンや高重合アミノ変性メチルポリシロキサンのような高重合ポリシロキサンを配合したとしても低粘度でしかも経時安定性が良好な組成物が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0009】すなわち、本出願の請求項1記載の水中油型乳化組成物は、(1)両親媒性物質-カチオン界面活性剤-水系において常温以上でゲルを形成し得るものの中から選択された両親媒性物質及びカチオン界面活性剤と、(2)シリコーン油と、(3)水と、を含み、前記両親媒性物質及びカチオン界面活性剤は、その実質的全量が油滴界面に存在し、系の粘度が30cps以下であることを特徴とする。

【0010】なお、前記シリコーン油の粘度は500cps以下であることが好適である。また、前記シリコーン油中にはシリコーン油全量に対して0.1重量%以上の高重合メチルポリシロキサン及び/又は高重合アミノ変性メチルポリシロキサンを含有することが好適である。また、両親媒性物質がカチオン界面活性剤に対してモル比で1/2倍量以上配合されることが好適である。

【0011】また、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量としては、組成物全量に対して0.1~1.0重量%以下であることが好適である。また、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量に対し、シリコーン油の配合量は1/2倍量以上であることが好適である。また、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の境界面存在量は、DSCによるピーク面積比で90%以上であることが好適である。

【0012】また、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤が、両親媒性物質-カチオン界面活性剤水系において形成するゲルの転移温度が60°C以上であるものの中から選択されることが好適である。また、乳化粒子径が

0.25μm以下であることが好適である。また、両親媒性物質は炭素鎖長が16以上である高級アルコール及び/又は高級脂肪酸よりなることが好適である。なお、本発明の水中油型乳化組成物は毛髪化粧料として特に好適である。

【0013】

【本発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。本発明の水中油型乳化組成物においてはシリコーン油を油相として用いるが、内相であるシリコーン油相と、外相である水相との境界部に、水相中でゲルを形成し得る両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の実質的全量を存在させることにより、シリコーン油を低粘度で安定な水中油型乳化組成物とすることができるものである。

【0014】すなわち、一般に水中油型乳化組成物では、両親媒性物質と界面活性剤が水相中でゲルを形成し、基剤を固化させていると考えられている(Barry, B. W., J. Colloid Interface Sci., 28, 82-91(1968)等)。

【0015】この水中油型乳化組成物におけるゲル形成状態は、以下のように記述される(福島正二、セチルアルコールの物理化学、フレグラントジャーナル社、1992, p112~116)。図1において、水相10中には油相12が分散されており、該水相10と油相12の境界面には界面活性剤14及び両親媒性物質16が存在し、水相10内での油相12の分散状態安定化が図られている。そして、水相10内にはさらに界面活性剤14及び両親媒性物質16が存在しており、該界面活性剤14及び両親媒性物質16の一部はラメラ構造18を水相中で形成し、ゲル構造が構築され、基剤が固化するとされている。

【0016】このような水中油型乳化組成物は、強力な剪断力を有する乳化機で処理を行い、基剤を固化させているゲル構造体を破壊し、例え図2に示すようにラメラ構造が微細な分散系(ペシクル)20となることにより、低粘度の液状の基剤を得ることができる(山口道広、野田章、日化、26-32(1989))。しかしながら、ラメラ構造が微細に分散した系は、凝集によるブツの発生やゲル構造の再構築による粘度上昇等の不安定化の問題がある。

【0017】本発明者らは、特開平6-271421において両親媒性物質16-界面活性剤14-水10-油12で構成される水中油型乳化組成物のエマルション粒子を微細化し、水相中でゲルを形成している両親媒性物質16及び界面活性剤14をエマルション粒子界面に移行させ水相中のゲルの量を減少させること、及び安定なゲルを形成しゲル構造を破壊した後再びゲル構造を形成しにくい両親媒性物質及び界面活性剤の組合せを選択することにより、低粘度でしかも経時に安定な水中油型乳化組成物を得ることに成功したことを報告した。

【0018】この水中油型乳化組成物においては、図3に示す様に両親媒性物質16及び界面活性剤14のほぼ全量を油滴12の界面に移行させることにより、前記両親媒性物質16及び界面活性剤14はそれぞれエマルション粒子界面において安定に保持され、更に水相10中にはラメラ構造の微細に分散したもの等が存在しないため、その凝集によるブツの発生やゲル構造の再構築も生じ得ない。従って、得られた水中油型乳化組成物は両親媒性物質を用いて乳化しているにもかかわらず極めて低粘度で経時安定性に優れている。

【0019】そして、該乳化組成物が一旦塗布されると、塗擦作用により前記エマルション粒子の機械的な破壊が生じ、エマルション粒子界面の表面積が著しく低下する。この結果、水相中には両親媒性物質16及び界面活性剤14が放出され、両親媒性物質16-界面活性剤14-水10中でゲル構造を再構築し、クリーム様の使用感触を付与することができるという画期的なものであった。しかしながら、図3に示すような低粘度水中油型乳化組成物の系において、油相として分子量の比較的大きいシリコーン油を用いると、シリコーン油の粘度により乳化粒子の微細化が困難になることが判明した。

【0020】そこで、本発明者らはシリコーン油を油相とした系について詳細に検討した結果、シリコーン油の粘度を500cps以下とすれば30cpsという低粘度でも良好な経時安定性が得られることを見出したものである。さらに、このような水中油型乳化組成物においては、従来乳化粒子の微細化が困難で、低粘度でしかも安定な乳化組成物を得ることが困難であった高重合メチルポリシロキサン及び/又は高重合アミノ変性メチルポリシロキサンを配合した場合においても低粘度で経時に安定な組成物が得ることができる。

【0021】本発明に係る水中油型乳化組成物は、30cpsという極めて低粘度でしかも経時安定性に優れるので、ディスペンサー使用にも十分適用可能である。また、シリコーン油を用いることで毛髪に対する保護やなめらかさの付与といったトリートメント効果が得られるとともに、クリーム様のしっとりと使用感を発揮することができる。さらに高重合ポリシロキサンを配合した場合には枝毛修復効果も得ることができる。

【0022】本発明において特徴的な、水相-油相界面に移行される両親媒性物質及びカチオン界面活性剤は、両親媒性物質-カチオン界面活性剤-水系において特異的にゲルを形成する必要がある。特に乳化安定性を考慮する場合には、ゲルが α -typeであると、その安定性が良好であり、さらにゲルの転移温度が60°C以上であることが好適である。なお、ゲルが α -typeであることはX線回折での21.4°の強い単一のピークにより判別できる。

【0023】このように水系で且つ常温以上でゲルを形成する両親媒性物質-カチオン界面活性剤の組合せとし

て、ステアリルアルコール(両親媒性物質)-塩化ステアリルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、ベヘニルアルコール(両親媒性物質)-塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、ベヘニルアルコール(両親媒性物質)-塩化ステアリルトリメチルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、ベヘニルアルコール(両親媒性物質)-塩化ジメチルジステアリルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、セチルアルコール、ステアリルアルコール(両親媒性物質)-塩化ステアリルトリメチルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、ベヘニン酸(両親媒性物質)-塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム(カチオン界面活性剤)、ステアリン酸(両親媒性物質)-ステアリン酸ジメチルアミノプロピルアミド-レグルタミン酸塩(カチオン界面活性剤)、ベヘニルアルコール(両親媒性物質)-ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミドクエン酸塩(カチオン界面活性剤)の組み合わせが好適である。なお、例えばベヘニルアルコール及びステアリルアルコール等の様に、炭素鎖長が長く、かつ鎖長の異なる組み合わせを用いることにより、乳化安定性をより向上させることができる。また、本発明においてはカチオン界面活性剤を用いているので、毛髪に対して柔軟効果や帯電防止効果等が期待される。

【0024】本発明において両親媒性物質とは、界面活性を有するがそれ自体は疎水性が強く一般の界面活性剤ほど界面活性を有さないものであり、例えば高級脂肪酸、高級脂肪族アルコール、モノグリセリド、グリセロールモノアルキルエーテル、モノアルキルアミン、およびステロール骨格を有する化合物(コレステロール、フィトステロール)等がある。

【0025】なお、本発明において、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量は、組成物全量に対し0.1~10重量%配合することが必要である。水相に対し0.1重量%未満であると、油相を充分に分散させ、低粘度化することができない場合がある。また、本発明の水中油型乳化組成物においては塗擦時のエマルションの機械的な破壊により生じるゲルがクリームに類する使用感触と保湿効果を与えると考えられ、この点からも組成物全量に対する両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の合計量が0.1重量%以上、好ましくは1.0重量%以上であることが好適である。また、10重量%を超えて配合すると、低粘度の組成物が得られないことがある。

【0026】さらに、両親媒性物質とカチオン界面活性剤の量的関係としては、両親媒性物質をカチオン界面活性剤に対してモル比で1/2倍量以上用いることが好適である。両親媒性物質の配合量がカチオン界面活性剤に対して少ない場合には塗擦時にクリーム様の使用感と保湿効果が十分に発揮されないことがある。

【0027】本発明において用いるシリコーン油とは、例えばジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等の鎖

状ポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロヘキサシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルテトラハイドロジエンシクロテトラシロキサン等の環状ポリシロキサン、アミノ変性シリコーン油、エポキシ変性シリコーン油、エポキシ・ポリエーテル変性シリコーン油、ポリエーテル変性シリコーン油、カルボキシ変性シリコーン油、アルコール変性シリコーン油、アルキル変性シリコーン油、アンモニウム塩変性シリコーン油、フッ素変性シリコーン油等の変性シリコーン油等の低粘度シリコーン油、トリメチルシロキシケイ酸等の3次元構造若しくはこれを形成し得るシリコーン樹脂、高重合ジメチルポリシロキサン、高重合メチルフェニルポリシロキサン、高重合メチルビニルホリシロキサン等の高重合メチルポリシロキサンや高重合アミノ変性メチルポリシロキサン等の高重合ポリシロキサンが挙げられる。これらシリコーン油はその1種以上を用いることができるが、油相としてのシリコーン油の粘度は500cps以下であることが必要である。シリコーン油の粘度が500cps以上になると乳化粒子の微細化が困難となり、系が低粘度とならず、また、乳化安定性の低下、経時的な粘度上昇を生じやすい。

【0028】高重合ポリシロキサンは樹脂状の非常に高粘度の物質であり、わずかな添加で系を増粘させるためにシリコーン油単独の場合よりもさらに乳化粒子の微細化が困難であった。しかしながら、本発明においてはシリコーン油全体としての粘度が500cps以下での粘度であれば高重合ポリシロキサンを配合することができ、しかも高重合ポリシロキサンを配合しても安定性が低下することがなく、経時安定性に優れた水中油型乳化組成物を得ることができる。

【0029】また、シリコーン油中に高重合ポリシロキサンをシリコーン油全量に対して0.1重量%以上配合した該水中油型乳化組成物においては毛髪修復効果を發揮することができ、毛髪化粧料として最適である。また、系の粘度が30cps以下と非常に低粘度であるためディスペンサー容器にも適している。また、油相量は両親媒性物質-カチオン界面活性剤の合計量に対し1/2倍量以上、好ましくは等量以上である。油相量が両親媒性物質-カチオン界面活性剤の合計量の1/2等量より少い場合には、乳化状態の経時安定性が悪化する傾向にある。

【0030】また、乳化粒子径は0.25μm以下、特に0.20μm以下が好適である。粒子径が0.25μmを越えると、低粘度ではクリーミングを生じる恐れがある。なお、ここで用いられるエマルションの平均粒子径は、動的光散乱法により測定されたものであり、具体的にはN I C O M P - 2 7 0 (H I A C / R O Y C O 社製)によって測定したものである。

【0031】本発明の水中油型乳化組成物において前記

シリコーン油に加え他の液状油分、固型油分、半固型油分又は水に難溶性の物質を油相中に配合することも可能である。例えば、アボガド油、ツバキ油、タートル油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、ミンク油、オリーブ油、ナタネ油、卵黄油、ゴマ油、バージック油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラワー油、綿実油、月見草油、エノ油、大豆油、落花生油、茶実油、カヤ油、コメヌカ油、シナギリ油、日本キリ油、ホホバ油、胚芽油、トリグリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン等の液体油脂、カカオ脂、ヤシ油、馬脂、硬化ヤシ油、パーム油、牛脂、羊脂、硬化牛脂、パーム核油、豚脂、牛骨脂、モクロウ核油、硬化油、牛脚脂、モクロウ、硬化ヒマシ油等の固型油脂、ミツロウ、カンデリラロウ、綿ロウ、カルナバロウ、ベイベリーロウ、イボタロウ、鯨ロウ、モンタンロウ、ヌカラウ、ラノリン、カボックロウ、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル等のロウ類、流動パラフィン、オゾケライト、スクワレン、ブリスタン、パラフィン、セレシン、スクワラン、ワセリン、マイクロクリスチランワックス等の炭化水素、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキシル酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキシル酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ペンタエリスリトール、トリ-2-エチルヘキシル酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル-2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オイル、セトステアリルアルコール、アセトグリセライド、パルミチン酸-2-ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソプロピル、N-ラウロイル-レーグルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セバチエン酸ジ-2

—エチルヘキシル、ミリスチン酸—2—ヘキシルデシル、パルミチン酸—2—ヘキシルデシル、アジピン酸—2—ヘキシルデシル、セバチル酸ジイソプロピル、コハク酸—2—エチルヘキシル、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミル、クエン酸トリエチル等の合成エステル、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸（ベヘニル）酸、オレイン酸、12—ヒドロキシステアリン酸、ウンデシレン酸、トール酸、ラノリン脂肪酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレン酸、エイコサペンタエン酸等の高級脂肪酸、ラウリルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ミリスチルアルコール、オレイルアルコール、セトステアリルアルコール、モノステアリルグリセレンエーテル（バチルアルコール）、2—デシルテトラデシノール、ラノリンアルコール、コレステロール、ヘキシルドデカノール、イソステアリルアルコール、オクチルドデカノール等の直鎖、分岐高級アルコール、パーエチルオロデカリン、パーエチルオロヘキサン、トリパーエチルオローネーブチルアミン等のパーエチルオロカーボンないしパーエチルオロボリエーテル、ビタミンA及びその誘導体、ビタミンD及びその誘導体、ビタミンE及びその誘導体、ビタミンK及びその誘導体等のビタミン類、ステロール類、天然及び合成の香料等が挙げられる。

【0032】また、水に難溶性の物質としては、ユビキノン、ビタミンP等のビタミン類、塩酸クロルヘキシジン、トリクロロカルバニド、イルガッサンDP300等の殺菌剤、酢酸デキサメタゾン等の薬剤、パラアミノ安息香酸（以下PABAと略す）、N、N-ジメチルPABAオクチルエステルなどの紫外線吸収剤、パラベン等の防腐剤等が挙げられる。

【0033】また、本発明においては更に保湿効果を高めるために保湿剤を配合することができ、このような保湿剤としてはエチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール等のグリコール類、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン等のポリグリセリン、グルコース、マルトース、マルチトール、蔗糖、フルクトース、キシリトール、イノシトール、ペンタエリスリトール、ソルビトール、マルトトリオース、澱粉分解糖、澱粉分解糖還元アルコール等の糖類、乳酸ナトリウム、2-ピロリドン-5-カルボン酸ナトリウム、ヒアルロン酸ナトリウムなどが挙げられる。

【0034】本発明の乳化組成物については、他にも水相中に各種の成分を配合することができる。そのような成分の中で水相成分としては、例えビニルポリピロドン、N-ビニルピロドン-N、N-ジメチルアミノエチルメタクリル酸共重合体ジエチル硫酸塩等の水溶性

又は水分散性高分子、ビタミンB群、ビタミンC及びその誘導体、パントテン酸及びその誘導体、ビオチン等のビタミン類などの水溶性活性物質、グルタミン酸ナトリウム、アルギニン、アスパラギン酸、クエン酸、酒石酸、乳酸などの緩衝剤、EDTAなどのキレート剤などの他、紫外線吸収剤、各種色素の等が挙げられる。

【0035】本発明の乳化組成物は、上記の必須成分を有する混合分散液をホモミキサーよりも強力な剪断力をかけられる乳化機、例えマントンゴウリン、フレンチプレス、コロイドミル、マイクロフライダイマー、超音波乳化機など、強力な剪断力で処理することにより、その透明性、安定性を向上させることができる。また、マントンゴウリン、フレンチプレス、マイクロフライダイマー等の高圧ホモジナイザーを用いる場合には、1000Opsi以上圧力下で乳化するのが好ましいが、さらに好ましくは3000Opsi以上が好適である。

【0036】本発明にかかる乳化処理は、系全量を行ってもよいし、場合によっては一部を処理し、その後に水あるいは多価アルコール等の他の配合物により希釈してもよい。また、乳化時の温度は、系中のカチオン界面活性剤と両親媒性物質が水とともに形成するゲルの転移温度以上で行なうのが望ましい。なお、油相中に高重合ポリシロキサンを配合する場合には、均一な乳化を速やかに行なうために高重合ポリシロキサンを予め低粘度シリコーン油に溶解し、粘度500cps以下に調整したものを油相として用いることが好ましい。

【0037】以下、具体的な実施例を挙げつつ、本発明をさらに詳細に説明する。なお、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の油滴界面における存在量

前述したように、本発明においてカチオン界面活性剤及び両親媒性物質の油滴界面における存在量及び水相中の残存量は、保存中の水溶液状物性及び安定性に極めて重大な影響を与える。

【0038】そこで、本発明者らはまず、簡略化した系である試験例1、2、3及び4にかかる乳化組成物を製造し、完成時の物性及びその経時変化について検討を行った。即ち、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の油滴界面における存在量は、ゲルの転移のピーク面積変化により見積もることができる。そこで、転移温度の測定を示差走査熱量計（DSC）、具体的にはDSC120（セイコー電子工業株式会社製）を用いて行い、得られたDSC昇温曲線に於て観測された吸熱ピークの頂点の温度を転移温度とした。

【0039】

【表1】

1) ステアリルアルコール	2.0	2.0	2.0	2.0
2) 塩化ステアリル				
トリメチルアンモニウム	1.0	1.0	1.0	1.0
3) ジメチルシリコーン	—	5.0	5.0	5.0
(20 cps)				
4) ジプロピレングリコール	10.0	10.0	10.0	10.0
5) イオン交換水	残量	残量	残量	残量

【0040】(製法)

試験例1: (1)、(2)、(4)及び(5)を80°Cで攪拌混合し、80°Cにおいてホモミキサーで処理後、冷却し試料を得た。する。

試験例2~4: (1)、(2)、(4)及び(5)を80°Cで攪拌混合する。これに(3)を攪拌しながら混合し、80°Cにおいて、試験例2はホモミキサーを用い、試験例3は500psiの圧力下で高圧ホモジナイザーを用い、試験例4は700psiの圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、それぞれ乳化粒子径の異なる試料を得た。

【0041】図4にはエマルションの微細化に伴うDSC昇温曲線の変化が示されている。同図において試験例1はシリコーン油成分を抜去した系であるが、72°Cに单一の転移ピークが観察された。シリコーン油を抜去した系ではエマルションの形成が行なわれないことから、前記両親媒性物質及びカチオン界面活性剤は水相中でゲルを形成しこの状態が同図に示されることとなる。試験例2~4はシリコーン油を油相として配合した系で、乳化粒子径は、それぞれ1~5μm, 0.18μm, 0.04μmであった。シリコーン油を油相とした場合においても、乳化粒子の微細化とともにDSC曲線は高温側のピークが減少し、試験例4では最も低温のピークのみとなっており、粒子径が小さくなる過程において水相中

のゲルを構成する両親媒性物質及びカチオン界面活性剤がエマルションの界面積の増大にともない界面に移行し、水相中の両成分が減少することを示唆している。

【0042】なお、ここでエマルションの平均粒子径測定は、粒子径が1μm以上の場合は顕微鏡観察により行なった。平均粒子径が、1μm以下の場合は動的光散乱法により測定を行い、具体的にはN I C O M P-270 (HYAC/ROYCO社製)を用いた。平均粒子径が0.04μmの試験例4のDSC曲線は、63°Cに单一の転移ピークのみとなっていることから、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤はそのほとんどがエマルションの界面に移行している状態を示しており、粒子径が増大していくにつれて高温側のピークの割合が大きくなっていることは水相中のゲル構成物質の量即ち両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の量が増大していることを示している。ここで、水溶液状の外観と商品レベルでの安定性を保証する上で、DSC曲線が低温側ピークのみとなることが望ましいが、高温側ピークの面積が全体の10%程度存在していても良い。

【0043】以上のように製造された試験例1, 2, 3及び4にかかる乳化組成物は、下記のような物性及び使用感を有していた。

【表2】

	試験例1	試験例2	試験例3	試験例4
乳化粒子径	—	1~5μm	0.18μm	0.04μm
直後粘度	1600cps	3200cps	25cps	15cps
40°C 1か月後 安定性	—	○	△ (粘度上昇)	○

【0044】前記表2より明らかのように、試験例2は粘度が高く水溶液状の物性は得られない。さらに試験例3は、粘度が低くなり水溶液状の物性に近づくが、両親媒性物質及びカチオン界面活性剤が水相中に残存することから安定性(経時の粘度上昇等)は悪化する。これに對して試験例4は、低粘度で水溶液状の物性を有し、且つその安定性も良好で優れた使用感触を得ることができ

た。

【0045】油相の粘度

次に、本発明者等は本発明にかかる油相の粘度と乳化粒子径、経時安定性についての検討を行った。即ち、本発明に係る乳化組成物の内相であるシリコーン油相の粘度が大きいと、乳化粒子の微細化が困難となるため、低粘度で、しかも経時に安定な組成物を得ることが困難と

なる恐れがある。

【0046】そこで、本発明者らは、次の処方に基づき異なる粘度のシリコーン油を用いて水中油型乳化組成物

を製造した。

【表3】

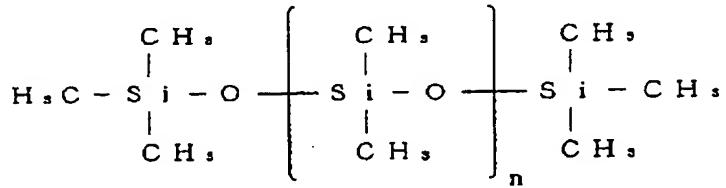
1) ベヘニルアルコール	1.5	1.5	1.5	1.5
2) 塩化ベヘニル				
トリメチルアンモニウム	1.0	1.0	1.0	1.0
3) ジメチルシリコーン	20.0	19.99	19.9	19.5
(20 c p s)				
4) 高重合ジメチルポリシロキサン*	0.0	0.01	0.1	0.5
5) 1,3-ブチレングリコール	20.0	20.0	20.0	20.0
6) イオン交換水	40.0	40.0	40.0	40.0
7) イオン交換水	残量	残量	残量	残量
油相の粘度 (c p s)	20	21	25	50
直後の乳化粒子径 (μm)	0.18	0.18	0.19	0.19
直後の性状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状
経時安定性 (40°C 1ヶ月)	○	○	○	○
枝毛修復効果	×	△	○	◎

【表4】

1) ベヘニルアルコール	1.5	1.5	1.5	
2) 塩化ベヘニル				
トリメチルアンモニウム	1.0	1.0	1.0	
3) ジメチルシリコーン	19.0	18.0	15.0	
(20 c p s)				
4) 高重合ジメチルポリシロキサン*	1.0	2.01	5.0	
5) 1,3-ブチレングリコール	20.0	20.0	20.0	
6) イオン交換水	40.0	40.0	40.0	
7) イオン交換水	残量	残量	残量	
油相の粘度 (c p s)	220	400	620	
直後の乳化粒子径 (μm)	0.20	0.21	0.25	
直後の性状	低粘度液状	低粘度液状	増粘ゲル化	
経時安定性 (40°C 1ヶ月)	○	○	×	
枝毛修復効果	◎	◎	◎	

*高重合ジメチルポリシロキサン: 下記化1において $n = 10,000$ のものを用いた

【化1】



【0047】<枝毛修復効果の評価基準>

◎: 枝毛修復効果が感じられる

○: 枝毛修復効果がやや感じられる

△: 枝毛修復効果がほとんど感じられない

×: 枝毛修復効果が全く感じられない

【0048】(製法) (1), (2), (5) 及び

(6) を80°Cで攪拌混合する。これに、予め(3)及び(4)を混合したものを攪拌しながら混合し、80°Cにおいて、1000Opsiの圧力下において、高圧ホモジナイザーを用い乳化した後、(7)を加え冷却し試料を得た。

【0049】表3及び表4から明らかなように、高重合ポリシロキサンの配合量の増大に伴って油相の粘度が著しく増大して乳化粒子の微細化が妨げられ、シリコーン油相の粘度が500cpsを超えると低粘度で安定な乳化組成物を得ることができない。これに対して、シリコーン油の粘度が500cps以下の場合には低粘度液状の水中油型乳化組成物が得られ、その経時安定性も良好で、高重合ポリシロキサンを配合しなかった場合と遜色なかった。従って、低粘度で経時安定性の良好な水中油型乳化組成物を得るためにには油相としてのシリコーン油の粘度が500cps以下であることが好適である。

【0050】また、高重合メチルポリシロキサンの配合量がシリコーン油全量(20重量%)に対して0.1重量%以上配合した場合には枝毛修復効果が向上する。よって、高重合ポリシロキサンによる十分な枝毛修復効果

を得るためにには該高重合ポリシロキサンをシリコーン油全量に対し0.1重量%以上、好ましくは0.5重量%以上配合することが好適であり、このような組成物は毛髪化粧料として特に好適である。

【0051】両親媒性物質と界面活性剤の合計量と油の量の比

次に、本発明者らは両親媒性物質と界面活性剤の合計量と油の量の比について検討を行った。即ち、前述したように本発明に係る乳化組成物においては、両親媒性物質及び界面活性剤の実質的全量が油滴界面に移行させる必要がある。乳化粒子の微細化には限界が有り、油の配合量が少ないと相対的に界面積量は小さくなる。このため、両親媒性物質と界面活性剤を十分に界面に移行させることが困難となり、結果としてゲル構成成分が残存し、乳化組成物の安定性を著しく悪化させる恐れがある。

【0052】そこで、次の処方に基づき化粧料として好適な水中油型乳化組成物を製造し、それぞれの乳化粒子径及び経時安定性について検討を行った。

【表5】

1) ベヘニルアルコール	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
2) 塩化ベヘニル トリメチルアンモニウム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
3) ジメチルシリコーン (20cps)	1.0	1.25	2.5	5	10	20	
4) ジプロピレン glycole	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
5) イオン交換水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	
乳化粒子径	0.023	0.025	0.030	0.044	0.100	0.180	
経時安定性(40°C 1ヶ月)	×	○	○	○	○	○	

【0053】(製法) (1), (2), (4)及び(5)を80°Cで攪拌混合する。これに、(3)を攪拌しながら混合し、80°Cにおいて、700Opsiの圧力下において、高圧ホモジナイザーを用い乳化した後、冷却し試料を得た。前記表5より明らかなように、界面活性剤-両親媒性物質の合計量(2.5%)に対し、油相であるジメチルシリコーンを1.0~20.0重量%に変化させると、該ジメチルシリコーンの量が少ないとほど乳化粒子径は小さくなるにもかかわらず、経時安定性はむしろ低下することが理解され、界面活性剤-両親媒性

物質の合計量と油相の比は1/0.5以上、好ましくは1/1以上であることが示唆される。なお、この傾向は高重合ポリシロキサンを含有するシリコーン油(500cps以下)を用いた場合においても同様であった。

【0054】両親媒性物質と界面活性剤の量

さらに、本発明者らは、両親媒性物質と界面活性剤の合計量とクリーム様の感触及び保湿効果について検討するため、以下のような試験を行った。

【表6】

1) ベヘニルアルコール	0.06	0.08	0.2	1.0
2) 塩化ベヘニル トリメチルアンモニウム	0.03	0.04	0.1	0.5
3) ジメチルシリコーン (20cps)	8.0	8.0	8.0	8.0

4) ジアビ'レング'リコール	10.0	10.0	10.0	10.0
5) イオン交換水	残量	残量	残量	残量

直後の性状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状
クリーム様の使用感	×	○	◎	◎
保湿効果	×	○	◎	◎

【表7】

1) ベヘニルアルコール	2.0	3.0	5.0	7.0
2) 塩化ベヘニル トリメチルアンモニウム	1.0	1.5	2.5	3.5
3) ジメチルシリコーン (20cps)	8.0	8.0	8.0	8.0
4) ジアビ'レング'リコール	10.0	10.0	10.0	10.0
5) イオン交換水	残量	残量	残量	残量

直後の性状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状	増粘
クリーム様の使用感	○	○	○	○
保湿効果	○	○	○	○

【0055】<クリーム用の使用感触の評価基準>

○: クリーム様の使用感触が感じられる

○: クリーム様の使用感触がやや感じられる

△: クリーム様の使用感触がほとんど感じられない

×: クリーム様の使用感触が全く感じられない

【0056】<保湿効果の評価基準>

○: 保湿効果が感じられる

○: 保湿効果がやや感じられる

△: 保湿効果がほとんど感じられない

×: 保湿効果が全く感じられない

【0057】(製法) (1), (2), (4) 及び
(5) を80°Cで攪拌混合する。これに、(3) を攪拌
しながら混合し、80°Cにおいて、10000psiの圧
力下で高圧ホモジナイザーを用い乳化した後、冷却し試

料を得た。

【0058】表6及び表7より明らかなように、カチオ
ン界面活性剤一両親媒性物質の合計量を0.09~1
0.5重量%と変化させると、カチオン界面活性剤一両
親媒性物質の合計量が少ないと感じられ、
また、該合計量が著しく多くなると系の粘度が上昇し、
低粘度組成物が得られず、製造も困難となることがあ
る。従って、両親媒性物質とカチオン界面活性剤の合計
量は0.1重量%以上、好ましくは0.3重量%以上、
10重量%以下であることが示唆される。【0059】さらに、本発明者らは、両親媒性物質と界
面活性剤のモル比とクリーム様の感触及び保湿効果につ
いて検討するため、以下のような試験を行った。

【表8】

(1) 塩化ステアリル トリメチルアンモニウム	0.81	0.72	0.30
(2) ステアリルアルコール	0.19	0.28	0.70
(3) ジメチルシリコーン (20cps)	8.0	8.0	8.0
(4) ジアビ'レング'リコール	10.0	10.0	10.0
(5) イオン交換水	残量	残量	残量

成分(1)のモル数/成分(2)のモル数	0.3	0.5	3
---------------------	-----	-----	---

直後の性状	低粘度液状	低粘度液状	低粘度液状
クリーム様の使用感	×	○	◎
保湿効果	×	○	◎

【0060】(製法) (1), (2), (4) 及び (5) を 80°C で 握拌混合する。これに、(3) を 握拌しながら混合し、80°Cにおいて、10000psiの圧力下で高圧ホモジナイザーを用い乳化した後、冷却し試料を得た。

【0061】表8より明らかなように、カチオン界面活性剤と両親媒性物質のモル比を 1:3 と変化させると、カチオン界面活性剤に対する両親媒性物質のモル比が小さいほど、しっとりとした使用感及び保湿効果は損なわれた。従って両親媒性物質はカチオン界面活性剤に対してモル比で 1/2 倍量以上配合されることが好ましいことが示唆される。なお、これらの傾向は高重合ポリシリコンを含有するシリコーン油 (500 cps 以下) を

- (1) ベヘニルアルコール
- (2) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム
- (3) ジメチルシリコーン (20 cps)
- (4) ジブロビレングリコール
- (5) イオン交換水

【0064】(製法) (1)、(2)、(4) 及び (5) を 80°C で 握拌混合する。これに (3) を 握拌しながら混合し、80°Cにおいて種々の圧力下において高圧ホモジナイザーを用い乳化したのち冷却し、乳化粒子

用いた場合においても同様であった。

【0062】乳化粒子径

次に、本発明者等は本発明にかかる油相の乳化粒子径と安定性についての検討を行った。即ち、本発明に係る乳化組成物の内相にあたる油相の乳化粒子径が大きい場合には、粘度の上昇により水溶液状の物性が損なわれたり、安定性 (クリーミング等) を悪化させる恐れがある。

【0063】そこで、本発明者らは、次の処方に基づき皮膚外用剤として好適な水中油型乳化組成物を製造した。この際、マントンゴーリンを用い乳化を行ったが、その剪断力を調整し、各乳化粒子径を調整した。

1. 5 重量%
1. 0
20. 0
10. 0
残 量

径の異なる試料を得た。

【0065】

【表9】

乳化粒子径	直後の性状	安定性 (40°C 1ヶ月)
0. 18 μ	低粘度液状	○
0. 20 μ	低粘度液状	○
0. 25 μ	低粘度液状	○
0. 28 μ	低粘度液状	× (クリーミング、粘度上昇)

【0066】前記表9より明らかなように、乳化粒子径が 0. 25 μm 程度までは安定性は極めて良好であるのに対し、乳化粒子径が 0. 25 μm を越えると製造時低粘度であったものが経時に粘度が上昇し、また、クリーミングを生じるなど安定性が悪化する。なお、この傾向は高重合ポリシリコンを含有するシリコーン油 (500 cps 以下) を用いた場合においても同様であつ

実施例1 ヘアブロー

- (1) ベヘニルアルコール
- (2) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム
- (3) ジメチルポリシリコン (6 cps)
- (4) 高重合メチルポリシリコン
(前記化1中、n = 10,000 のもの)
- (5) 1,3-ブチレングリコール
- (6) イオン交換水
- (7) イオン交換水

0. 8 重量%
0. 4
2. 5
0. 05
5. 0
40. 0
残 部

た。従って、本発明にかかる乳化組成物において好適な乳化粒子径は、0. 25 μm 以下、好ましくは 0. 20 μm 以下である。

【0067】

【実施例】以下に、本発明にかかる組成物の具体例を示す。

0. 8 重量%
0. 4
2. 5
0. 05
5. 0
40. 0
残 部

いて 10000psi の圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、(7) を 握拌混合して冷却し、透明で低粘度のヘアブローを得た。

【0069】得られたヘアブローのエマルジョンの平均

粒子径を動的光散乱法で測定したところ $0.04\mu\text{m}$ 、粘度は 10 c p s であり、経時安定性も良好であった。また、このヘアブロー溶液をアトマイザーに充填し、実際に毛髪に使用したところ、良好な噴霧性を有し、ま

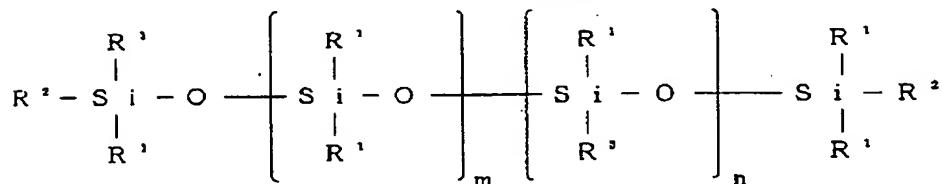
た、毛髪に対してしっとりとした感触と枝毛修復効果を得ることができた。

【0070】

実施例2 ヘアブロー

(1) ステアリン酸	1.0重量%
(2) ベヘン酸	0.5
(3) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム	0.5
(4) ジメチルポリシロキサン(20 c p s)	9.0
(5) アミノ変性高分子シリコーン	1.0
(下記化2中、 R^1 、 R^2 がメチル基、 R^3 が $-(\text{CH}_2)_3\text{N}(\text{CH}_3)_2$ 、 $m=9,000$ 、 $n=5$ のもの)	
(6) ジプロピレングリコール	10.0
(7) イオン交換水	40.0
(8) 防腐剤	適量
(9) イオン交換水	残部

【0071】



(製法) (1)、(2)、(3)、(6)及び(7)を 80°C で攪拌混合する。これに予め(4)、(5)を混合したもの(粘度 380 c p s)を攪拌しながら混合し、ホモミキサーで予備乳化した後、 80°C において 10000 psi の圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、(8)を溶解した(9)を攪拌混合して冷却し、透明で低粘度のヘアブローを得た。

【0072】得られたヘアブローのエマルションの平均

実施例3 ヘアブロー

(1) ベヘニルアルコール	2.0重量%
(2) ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド	1.0
(3) ジメチルポリシロキサン(20 c p s)	4.7
(4) アミノ変性高分子シリコーン	0.3
(前記化2中、 R^1 、 R^2 がメチル基、 R^3 が $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$ 、 $m=10,000$ 、 $n=10$ のもの)	
(5) ジプロピレングリコール	10.0
(6) グリセリン	5.0
(7) クエン酸	0.5
(8) イオン交換水	40.0
(9) 防腐剤	適量
(10) イオン交換水	残部

【0074】(製法) (1)、(2)及び(5)～(8)を 80°C で攪拌混合する。これに予め(3)、(4)を混合したもの(粘度 180 c p s)を攪拌しながら混合し、ホモミキサーで予備乳化した後、 80°C において 10000 psi の圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、(9)を溶解した(10)を加え冷却

し、透明で低粘度のヘアブローを得た。

【0073】

【0075】得られたヘアブローのエマルションの平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ $0.06\mu\text{m}$ 、粘度は 10 c p s であり、経時安定性も良好であった。また、このヘアブロー溶液をアトマイザーに充填し、実際に毛髪に使用したところ、良好な噴霧性を有し、また、毛髪に対してしっとりとした感触と枝毛修復効果を得ることができた。

た、毛髪に対してしっとりとした感触と枝毛修復効果を得ることができた。

実施例4 ヘアトリートメント

(1) ベヘニルアルコール	1.7重量%
(2) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム	0.8
(3) ジメチルポリシロキサン(6cps)	10.0
(4) ジメチルポリシロキサン(20cps)	9.0
(5) 高重合メチルポリシロキサン	1.0
(前記化1中、n=6,000のもの)	
(6) 1,3-ブチレングリコール	5.0
(7) グリセリン	10.0
(8) 防腐剤	適量
(9) 香料	適量
(10) イオン交換水	残部

【0077】(製法) (1)、(2)、(6)～(8)及び(10)を80℃で攪拌混合する。これに予め(3)～(5)及び(9)を混合したもの(粘度115cps)を攪拌しながら混合し、ホモミキサーで予備乳化した後、80℃において10000psiの圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化して冷却し、低粘度のヘアトリートメントを得た。

【0078】得られたヘアトリートメントのエマルション

実施例5 ヘアブロー

(1) ベヘニルアルコール	0.9重量%
(2) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム	0.3
(3) ジメチルポリシロキサン(100cps)	2.5
(4) ジメチルポリシロキサン(20cps)	1.5
(5) 1,3-ブチレングリコール	10.0
(6) イオン交換水	40.0
(7) イオン交換水	残部

【0080】(製法) (1)、(2)、(5)及び(6)を80℃で攪拌混合する。これに予め(3)及び(4)を混合したもの(粘度65cps)を攪拌しながら混合し、ホモミキサーで予備乳化した後、80℃において8000psiの圧力下で高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、(7)を加えて冷却し、透明で低粘度のヘアブローを得た。

【0081】得られたヘアブローのエマルションの平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ0.04μm、粘度は10cpsであり、経時安定性も良好であった。また、このヘアブロー溶液をアトマイザーに充填し、実際に毛髪に使用したところ、良好な噴霧性を有し、また、毛髪に対してしっとりとした感触を得ることができた。

【0082】

【発明の効果】以上説明したように、本発明にかかる水中油型乳化組成物によれば、油相としてシリコーン油、特に高重合ポリシロキサンを含有するシリコーン油を用

【0076】

ンの平均粒子径を動的光散乱法で測定したところ0.20μm、粘度は25cpsであり、経時安定性も良好であった。また、このヘアトリートメント溶液をアトマイザーに充填し、実際に毛髪に使用したところ、良好な噴霧性を有し、また、毛髪に対してしっとりとした感触と枝毛修復効果を得ることができた。

【0079】

いた場合においても、該シリコーン油相の粘度を好適に調整し、且つ両親媒性物質及びカチオン界面活性剤の実質的全量を油相と水相の境界面に存在させることにより低粘度でしかも経時的に安定な水中油型乳化組成物が得られる。また、水溶液状の物性を有しながら、クリーム様のしっとりとした使用感及び保湿効果が得られ、特に高重合ポリシロキサンを配合した場合には毛髪に対する枝毛修復効果を発揮することができる。

【図面の簡単な説明】

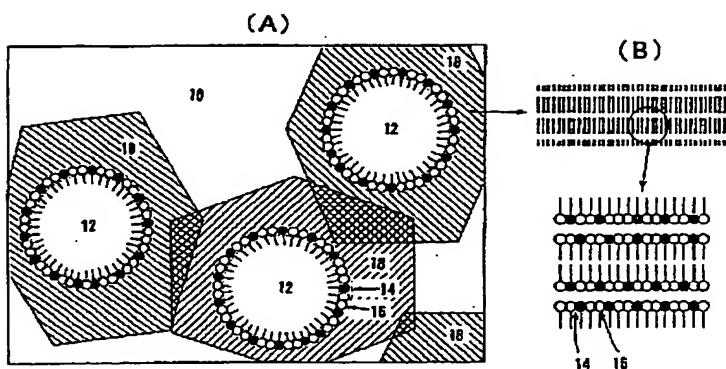
【図1】一般的な水中油型乳化組成物の乳化状態の概念図である。

【図2】一般的な水中油型乳化組成物の乳化安定性の悪化要因の説明図である。

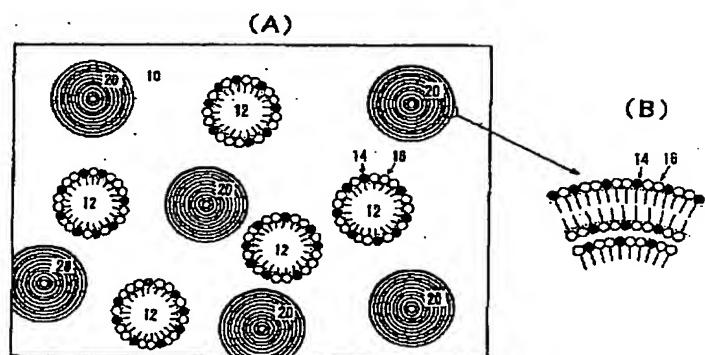
【図3】本発明にかかる水中油型乳化組成物の乳化状態の説明図である。

【図4】本発明にかかる水中油型乳化組成物のDSC昇温曲線の説明図である。

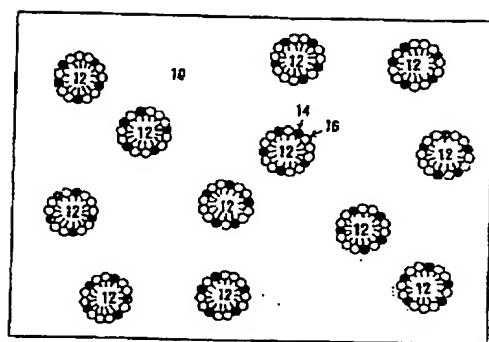
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

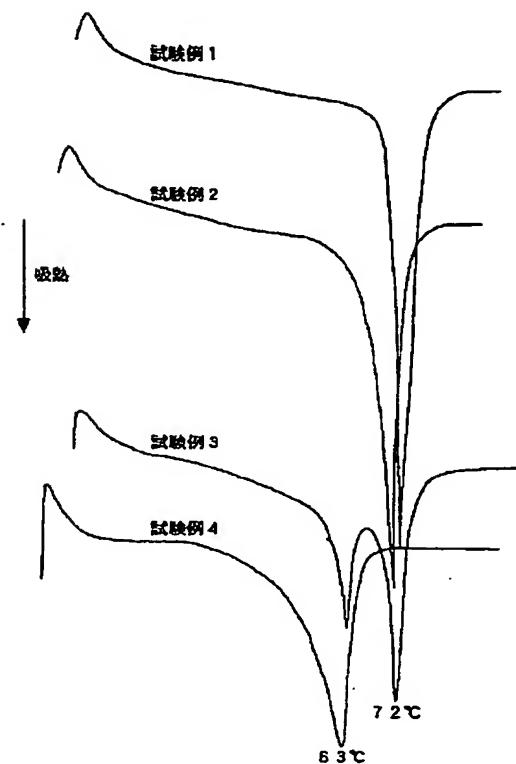


図4 DSC昇温曲線

フロントページの続き

(72)発明者 兵頭 美穂
 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
 式会社資生堂第一リサーチセンター内